

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ВРЕМЕНИ ВВОДА НА ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА*Езерская А.А., Пивовар М.Л.*

УО «Витебский государственный медицинский университет»

Введение. Одним из важных направлений применения капиллярного электрофореза (КЭ) в фармацевтическом анализе является количественное определение (КО) действующих веществ. Для повышения предела КО можно использовать различные приемы: концентрирование в процессе пробоподготовки, концентрирование при вводе пробы. Однако данные варианты могут повлиять на состав пробы. Оптимальным вариантом увеличения количества образца в капилляре является увеличение времени ввода образца. Однако данный подход может привести к ухудшению воспроизводимости результатов анализа.

Согласно литературным данным [1], типичным давлением при вводе пробы являются значения 25-100 мбар, время ввода – от 0,5 до 5 секунд.

Цель работы. Целью данной работы являлось установление максимально допустимого времени ввода пробы при анализе прокаина гидрохлорида методом КЭ.

Материал и методы.

- 1) система капиллярного электрофореза “Капель-205”;
- 2) рН-метр HI 2211;
- 3) аналитические весы Radwad 60/220/C/2;
- 4) фоновый электролит (20 мМ трис(гидроксиэтил)аминометана, 0,4 % триэтиламина, рН доведен до 2,5 с помощью концентрированной фосфорной кислоты) [2];
- 5) прокаина гидрохлорид.

Результаты и обсуждение. Экспериментальным путем были установлены следующие условия электрофоретического разделения:

- 1) длина капилляра – 60/53 см (общая/эффективная);
- 2) диаметр капилляра – 75 мкм;
- 3) ввод пробы под давлением – 50 мбар;
- 4) время анализа – 15 минут;
- 5) напряжение при анализе – 25 кВ.

Детектирование осуществлялось при длине волны 290 нм. Объектом исследования являлся водный раствор прокаина гидрохлорида (концентрация 10 мкг/мл). Время ввода образца – от 1 до 30 секунд.

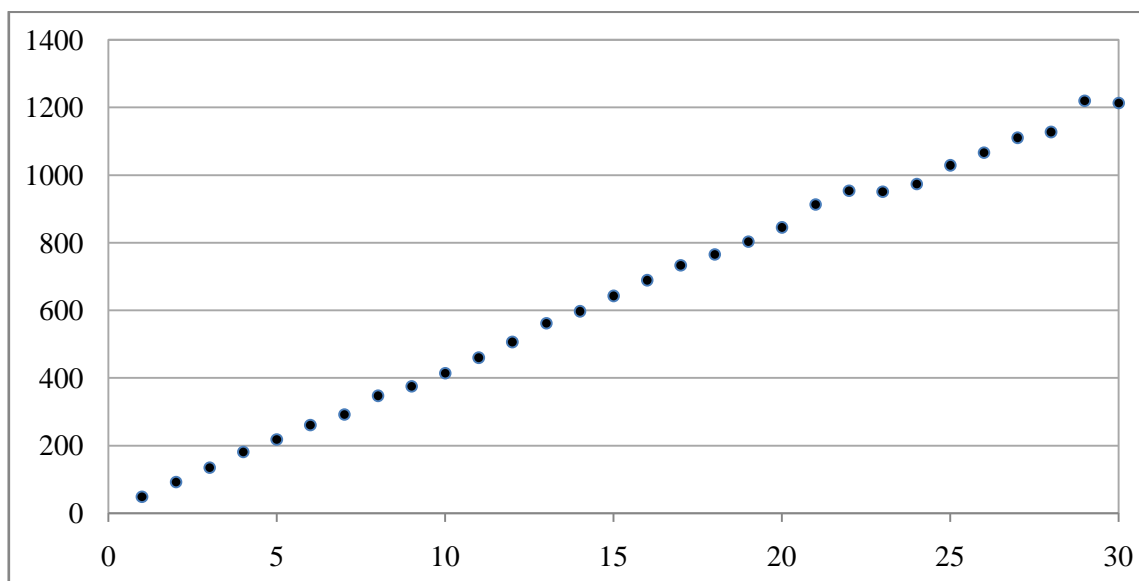


Рис. 1. Результаты, полученные при исследовании прокаина гидрохлорида с вводом пробы от 1 до 30 секунд, где ось абсцисс – время ввода (t, s), ось ординат – площадь пика (S, mAu*s)

Как видно из рис.1, при введении пробы прокаина гидрохлорида до 20 секунд площадь пика растет прямопропорционально. При данном времени ввода пробы заполняемость капилляра образцом не превышает 5 %. При более продолжительном вводе пробы площадь пика становится менее предсказуемой, что связано с перезаполнением капилляра вводимым образцом (более 5 %) и размыванием зоны в фоновом электролите, что негативно сказывается на результатах анализа [3].

Выводы. Таким образом, можно сделать вывод, что ввод пробы образца можно осуществлять до 20 секунд, что отличается от рекомендованного времени. Такой подход обеспечивает возможность работы с образцами, содержащими низкие концентрации определяемого вещества, без дополнительной пробоподготовки.

Литература:

1. Комарова, Н.В. Практическое руководство по использованию систем капиллярного электрофореза «КАПЕЛЬ» / Н.В. Комарова, Я.С. Каменцев. – СПб. : ООО «Веда», 2006. – 212 с.
2. Development of a method for the analysis of drugs of abuse in vitreous humor by capillary electrophoresis with diode array detection (CE-DAD) / Jose Luiz Costa [et al.] // Journal of Chromatography B. – 2014. – Vol. 945-946. – P. 84–91.
3. Хенк, Х. Лауэр Высокоэффективный капиллярный электрофорез / Х. Лауэр Хенк, П. Розинг Герард. – СПб. : ЦОП «Профессия», 2019. – 240 с.

УДК 541.135+544.17+547.1

СЛОЖНЫЕ ЭФИРЫ ИЗОНИКОТИНОВОЙ КИСЛОТЫ И БИС (БЕНЗОАКРИДИНОВ) И ИХ ЧЕТВЕРТИЧНЫЕ СОЛИ

Казак Д.В.¹, Акишина Е.А.¹, Дикусар Е.А.¹, Степин С.Г.²

¹Институт физико-органической химии Национальной академии наук Беларуси,

²УО «Витебский государственный медицинский университет»

Введение. Производные акридина нашли широкое применение в различных областях практической деятельности человека: они являются известными пигментами и красителями и, благодаря длинной цепи сопряжения – могут выступать в качестве маркеров флуоресценции и визуализации, использоваться в лазерных медицинских технологиях. Присущие производным акридина интеркалирующие свойства определили их широкое применение в медицине: это препараты с широким спектром биологической активности, например: противоопухолевые – *амсакрин*, антидепрессанты – *диметакрин*, антисептические – *риванол*, ноотропные – *такрин*, противомаларийные – *акрихин*. Особое место занимают соли акридонуксусной кислоты, которые используются в качестве действующей основы в препаратах *циклоферон* и *неовир*. Акридины проявляют противовирусное и иммуномодулирующее действие, при этом практически не оказывают вредного воздействия на организм человека [1]. Ранее мы сообщали о синтезе производных бис(бензо)акридина, содержащих различные заместители [2, 3].

Цель. Синтез производных бис (бензоакридинов), содержащих сложные эфиры изоникотиновой кислоты и их четвертичных солей. Полученные соединения, содержащие в своем составе гетероциклические фрагменты различного типа, являются перспективными веществами для биотестирования на широкий спектр биологической активности [1].

Материал и методы. Инфракрасные спектры соединений записывали на ИК Фурье-спектрофотометре Protégé-460 фирмы Nicolet в тонком слое или таблетках бромида калия. Спектры ЯМР ¹H и ¹³C записаны на спектрометре Bruker Avance-500 в диметилсульфоксиде-*d*₆. Сложные эфиры замещенных бензальдегидов получали по методике [4].

Синтез производных бис(бензоакридинов), содержащих сложные эфиры изоникотиновой кислоты или производные 4,5-дихлоризотиазола проводили по следующей методике. Смесь 0,31 г (0,002 моль) 1,5-нафталиндиамина, (0,004 моль) 1,3-циклогександиона или димедона и (0,004